

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 11030579 A

(43) Date of publication of application: 02.02.89

(51) Int. Cl.

G01N 15/08

(21) Application number: 10152287

(22) Date of filing: 16.05.88

(30) Priority: 16.05.97 JP 09143493

(71) Applicant: JAPAN PIONICS CO LTD

(72) Inventor:  
 KOISO YASUHIKO  
 AZUMA NAOTO  
 MATSUMOTO YOSHIKI  
 FUJISAWA MASAYUKI  
 YADA KOICHI  
 OCHI YUKIFUMI

(54) METHOD AND APPARATUS FOR MEASURING  
 OXYGEN DIFFUSION AMOUNT, AND  
 HEAT-GENERATING BAG HAVING GAS  
 PERMEATION AMOUNT REGULATED BY  
 OXYGEN DIFFUSION AMOUNT

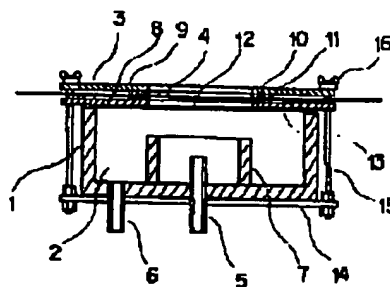
and accurately measured irrespective of material, thickness, shape of a gas permeation hole, etc. At the same time, the obtained oxygen diffusion amount shows high correlation with heat generation characteristic.

COPYRIGHT: (C)1989,JPO

(57) Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To speedily and accurately measure a gas permeation amount irrespective of the type of a wrapping material, by exposing one face of the gas-permeable wrapping material to the air, scavenging with a carrier gas not including oxygen to the other face, and measuring the concentration of oxygen in the carrier gas.

SOLUTION: A gas-permeable wrapping material 4 to be measured is held between metallic frames 8, 9 and sheet packings 10, 11 of a lid part 3 where a part corresponding to a face 12 to be measured is removed. The interface between the lid part 3 and a chamber 2 is maintained hermetically by a ring sheet packing 13. A bottom frame 14 and the lid part 3 are fastened by a stud bolt 15 and a nut 16 and fixed. In this state, nitrogen gas of a constant flow rate is supplied into the chamber 2 from a nitrogen gas feed pipe 5. The concentration of oxygen in the gas coming out from a discharge pipe 6 is measured. The oxygen diffusion amount of the wrapping material 4 is detected. The gas permeability of the wrapping material 4 can be quickly



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-30579

(43) 公開日 平成11年(1999) 2月2日

(51) Int. CL.  
G 0 1 N 15/08

識別記号

F I  
G 0 1 N 15/08

E

審査請求 未請求 請求項の数12 F D (全 14 頁)

(21) 出願番号 特願平10-152287

(22) 出願日 平成10年(1998) 5月15日

(31) 優先権主張番号 特願平9-143493

(32) 優先日 平9 (1997) 5月16日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000229601

日本バイオニクス株式会社

東京都港区西新橋1丁目1番3号

(72) 発明者 小磯 保彦

神奈川県平塚市田村5181番地 日本バイオ  
ニクス株式会社平塚研究所内

(72) 発明者 我妻 直人

神奈川県平塚市田村5181番地 日本バイオ  
ニクス株式会社平塚研究所内

(72) 発明者 松本 喜基

東京都港区西新橋1丁目1番3号 日本バ  
イオニクス株式会社内

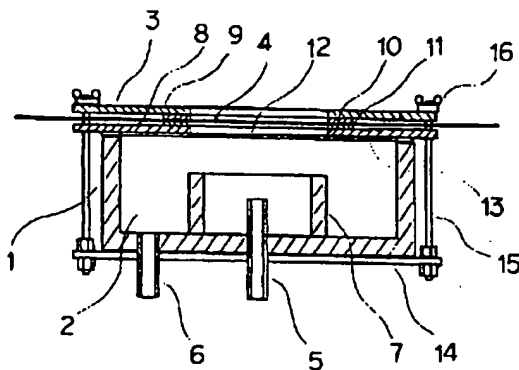
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 酸素拡散量測定方法、酸素拡散量測定装置および酸素拡散量で通気量を規定した発熱袋

(57) 【要約】

【課題】 発熱袋に用いる通気性包材の通気量を、包材の孔径および包材の材質に関わりなく、短時間で測定できるとともに、通気量と発熱特性との間に相関関係を有する通気量の測定方法及び測定装置を提供する。また安定した発熱特性を示す発熱袋を提供する。

【解決手段】 通気性包材の片面を大気に曝し、片面を酸素を含まないキャリアガスで掃気し、掃気後のキャリアガス中の酸素濃度を測定することにより、大気側から通気性包材を拡散透過する酸素拡散量を測定する。また、通気量を酸素拡散量で規定した身体用、ポケット用、くつ用発熱袋を提供する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 通気性包材の片側面を大気に曝し、反対側の面に酸素を含まないキャリアガスを掃気させ、掃気後の該キャリアガス中の酸素ガス濃度から該通気性包材の通気性を測定することを特徴とする通気性包材の酸素拡散量測定方法。

【請求項2】 キャリアガスが窒素である請求項1に記載の酸素拡散量測定方法。

【請求項3】 通気性包材が接する大気の大気圧と、キャリアガスの圧力との圧力差が3 mmH<sub>2</sub>O以下である請求項1又は請求項2に記載の酸素拡散量測定方法。

【請求項4】 通気性包材の片側面を大気に曝し、反対側の面に酸素を含まないキャリアガスに接触させて、大気中の酸素ガスが該通気性包材をキャリアガス側に拡散透過する拡散器を備えてなることを特徴とする通気性包材の酸素拡散量測定装置。

【請求項5】 キャリアガスが窒素である請求項4に記載の酸素拡散量測定装置。

【請求項6】 拡散器が、少なくとも一個のキャリアガス供給管、および少なくとも一個の排気管を有するものである請求項4に記載の酸素拡散量測定装置。

【請求項7】 拡散器のチャンバー内および/または拡散器の排気管を介して酸素濃度検出器を有する請求項4に記載の酸素拡散量測定装置。

【請求項8】 排気管に排気ポンプが接続されたものである請求項4に記載の酸素拡散量測定装置。

【請求項9】 20℃、相対湿度65%の条件下において、通気性包材の片側面を大気に曝し、反対側の面に酸素を含まないキャリアガスを該通気性包材単位面積当たり0.193 Nl/cm<sup>2</sup> hの流量で通気性包材の表面を掃気するように流して測定した時の酸素拡散量が1100±220 Nl/m<sup>2</sup> 24 hに相当する通気性包材を片面に用いた通気性の内袋に、空気中の酸素と接触して発熱する発熱組成物が収納され、さらに非通気性の外袋に密封されてなることを特徴とする身体用発熱袋。

【請求項10】 20℃、相対湿度65%の条件下において、通気性包材の片側面を大気に曝し、反対側の面に酸素を含まないキャリアガスを該通気性包材単位面積当たり0.193 Nl/cm<sup>2</sup> hの流量で通気性包材の表面を掃気するように流して測定した時の酸素拡散量が1600±350 Nl/m<sup>2</sup> 24 hに相当する通気性包材を片面に用いた通気性の内袋に、空気中の酸素と接触して発熱する発熱組成物が収納され、さらに非通気性の外袋に密封されてなることを特徴とするポケット用発熱袋。

【請求項11】 20℃、相対湿度65%の条件下において、通気性包材の片側面を大気に曝し、反対側の面に酸素を含まないキャリアガスを該通気性包材単位面積当たり0.193 Nl/cm<sup>2</sup> hの流量で通気性包材の表面を掃気するように流して測定した時の酸素拡散量が5

500±1100 Nl/m<sup>2</sup> 24 hに相当する通気性包材を片面に用いた通気性の内袋に、空気中の酸素と接触して発熱する発熱組成物が収納され、さらに非通気性の外袋に密封されてなることを特徴とするくつ用発熱袋。

【請求項12】 キャリアガスが窒素である請求項9乃至請求項11のいずれかに記載の発熱袋。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は通気性包材の通気量の測定方法および測定装置並びに酸素拡散量で規定した通気性包材を用いた発熱袋に関する。さらに詳しくは、かいろおよび脱酸素剤に用いられる通気性包材の通気性を測定するための酸素拡散量測定方法、酸素拡散量測定装置、および酸素拡散量で通気量を規定した発熱袋に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来から、空気中の酸素と接触して発熱する被酸化性金属粉を主成分とした発熱組成物が通気性の内袋に収納され、さらに非通気性の外袋に密封された発熱袋が、使い捨てかいろとして人体の保温、あるいは医療用具として利用されている。さらに、人体の保温に使用する発熱袋には、腰や肩などに用いる身体用発熱袋、ポケットや手袋などで用いるポケット用発熱袋、くつに挿入して用いるくつ用発熱袋などがある。

【0003】 これらの発熱袋は、その用途に応じて所望の到達最高温度、所望の温度に達するまでの時間（立ち上がり時間）、発熱の持続時間などが得られるように、発熱組成物の組成割合、発熱組成物の量、および内袋の通気量などが設定される。

【0004】 ここで発熱組成物とは被酸化性金属粉末、活性炭、無機電解質、水などの混合物であり、被酸化性金属粉末としては一般に鉄粉が用いられる。この発熱組成物は空気中の酸素と接触し、被酸化性金属粉末が金属酸化物となる際に熱を発生するものである。また、内袋に用いられる通気性包材としては、①非通気性シートに針あるいは放電などにより相当直径が0.03～0.5 mm程度の比較的大きな孔を設けたもの、②ポリエチレン、ポリプロピレンなどの合成繊維を重ね合わせ熱圧着して通気制限した不織布、③溶融したポリエチレン、ポリプロピレンなどの合成樹脂に炭酸カルシウム、硫酸バリウムなどの微細な粉末を分散させフィルム状に押し出したのち延伸して相当直径が10 μm以下の微細な孔を多数設けたもの（微多孔膜）などがある。さらにこれらの通気包材に不織布などを貼り合わせたものなどがある。

【0005】 ここで、発熱袋の発熱特性を制御する方法としては、上記したように発熱組成物の組成割合を調整することによって行なう方法と、発熱組成物への酸素供給量を調節する方法によって行なうことができる。さらに、発熱組成物の調製と、通気性包材の通気量の両方を

調整することによって行なうことができる。しかし一般的に発熱特性の設定は主に内袋に使用する通気性包材の通気量によって行われている。

【0006】これらの通気性包材の通気量を測定する方法としては、従来公知の方法が転用されており、①ガーレ通気度測定法(JIS P 8117)を用いる方法(特公平7-90030号公報、特開平8-80317号公報)、また、②フラジール形試験機(JIS L 1018、JIS L 1096)を用いる方法(特開平7-67907号公報)、さらに③透湿度測定法(JIS Z 0208)を用いる方法(特開平7-124192号公報、特開平8-92075号公報)等が提案されている。そしてこれらの方法が発熱袋の発熱特性の設計、品質管理などに用いられている。

【0007】また、発熱袋の発熱特性を測定する方法で公的に定められた方法としては、日本工業規格(JIS S 4100)に規定された試験方法がある。それによれば、発熱特性はJIS S 4100で規定された温度測定装置を用いて、外気温度20℃、相対湿度65%の雰囲気下で測定することとされている。そして発熱特性は、発熱操作開始から40℃に達するまでの時間(立ち上がり時間)、到達最高温度(最高温度)、40℃以上を保持する時間(持続時間)等で表すことが規定されている。

【0008】

【発明が解決しようとする課題】発熱袋の発熱は、通気性包材の微細な孔を通して長時間にわたり空気中の酸素が侵入することにより酸素が供給され、その酸素と被酸化性金属粉末(代表的な金属粉末として鉄粉)とが接触して酸化反応により生じるものである。しかしながら、前記の通気量測定方法では、内袋を構成する通気性包材の構成、材質、通気孔の形状、通気孔の大きさなどによっては、通気量の測定値と温度特性との間に相関関係が得られないために、発熱袋の設計、及び品質管理が十分にできないという問題があった。

【0009】すなわち、上記①ガーレ通気度測定方法では、測定器ガスチャンバーの重量を通気性包材の表裏間の圧力差として働くように構成し、一定容積のガスが通気性包材を通過するに要する時間を測定する方法である。この測定方法では、針や放電などによって設けられる相当直径が0.03~0.5mmのような比較的大きな通気孔を有する包材の場合は、数秒ないし数分で測定可能である。しかし、微細な多数の孔で構成された通気性包材、例えば合成樹脂に炭酸カルシウムや硫酸バリウムなどの微粉末を分散させてフィルム状に押し出し、さらに延伸して相当直径が10μm以下の微細孔を設けた通気性包材のような場合には測定に数千~1万秒以上の長時間を要するばかりでなく、ガーレ通気度試験方法自体の測定範囲(2~1800秒/100ml)外の測定値となる結果、再現性が得られない不都合があった。さ

らにこのように通気性包材の種類によってガーレ通気度測定値が著しく異なるものであっても発熱袋に用いた場合にはほぼ同じ発熱特性を示す場合があり、通気量測定値と発熱特性との間に相関性が得られないという不都合があった。

【0010】また②のフラジール形試験器を用いる方法は、主として織物の通気性を測定する方法であり、通気性包材の表裏間に12.7mmHg、0の圧力差を与えて測定する方法である。この方法は、通気孔の大きな通気性包材の測定には適用できる。しかし、5μm以下のような微細孔で構成された通気性包材のような場合には通気量が小さすぎて、この測定方法自体の測定範囲(0.3~400cc/cm<sup>2</sup>/sec)外となり測定できないという不都合があった。

【0011】さらに、③の透湿度測定法の場合は、通気性包材の表裏間に圧力差を与えず、水分飽和の条件下で、水蒸気が拡散透過する量から求める方法であり、一見優れた方法であるかのように見られる。しかし通気性包材の種類によっては、特に吸湿性を有する通気性包材の場合や、微細な孔を有する通気性包材の場合には、透湿度の測定値と発熱特性との間に相関性が得られないという不都合があった。これらのことから、通気性包材の種類に関わりなく、迅速に、精度よく通気量が測定でき、しかも発熱特性との間に相関性が得られる通気量測定法の開発が強く望まれていた。

【0012】また、これまで上記のように内袋に使用する通気性包材の通気量と発熱特性に相関性が得られないことから身体用発熱袋、ポケット用発熱袋、くつ用発熱袋いずれの場合においても精度良く発熱特性を設計すること、および品質管理ができなかった。このため、所望の発熱特性を有し、安定した発熱特性を有する発熱袋の開発が強く望まれていた。とりわけ、くつ用の場合には市場要請が高いにもかかわらず、上記の理由により所望の発熱特性からは著しく乖離した発熱袋しか得られていなかったために、所望の発熱特性を有し、安定した発熱特性を有する発熱袋の開発が強く望まれていた。

【0013】そこで本発明は、通気性包材の種類に関わりなく、迅速に、精度よく通気量が測定でき、しかも発熱特性との相関性が選られる通気量測定方法を提供することを目的とする。また、本発明の他の目的は、通気性包材の種類に関わりなく、迅速に、精度よく通気量が測定でき、しかも発熱特性との相関が得られる通気量測定装置を提供することである。さらに本発明の他の目的は、所望の発熱特性を有し、安定した発熱特性を有する身体用、ポケット用、くつ用の発熱袋を提供することである。

【0014】

【課題を解決するため手段】本発明者らは、これらの課題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、通気性包材の片面を大気に曝した状態に置き、また反対側の面に酸素

を含まないキャリアガスを掃気させることにより、大気中の酸素ガスが通気性包材を通してキャリアガス中に拡散透過する量、すなわち酸素拡散量を通気性の尺度として求めることにより、発熱袋の発熱特性と酸素拡散量との間に相関性が得られることを見出した。さらに酸素拡散量によって規定した通気性を尺度として用い、いわゆる身体用発熱袋、ポケット用発熱袋、くつ用発熱袋それぞれに適した通気量を規定することにより発熱特性の安定した発熱袋が得られることを見出し、本発明に到達した。

【0015】すなわち本発明は、通気性包材の片側面を大気に曝し、反対側の面に酸素を含まないキャリアガスを掃気させ、掃気後のキャリアガス中の酸素ガス濃度から該通気性包材の通気性を測定することの特徴とする通気性包材の酸素拡散量測定方法である。

【0016】また本発明は、通気性包材の片側面を大気に曝し、反対側の面を酸素を含まないキャリアガスに接触させて、大気中の酸素ガスが該通気性包材をキャリアガス側に拡散透過する拡散器を備えてなることを特徴とする通気性包材の酸素拡散量測定装置である。

【0017】さらに本発明は、20℃、相対湿度65%の条件下において、通気性包材の片側面を大気に曝し、反対側の面に酸素を含まないキャリアガスを該通気性包材単位面積当たり0.193Nl/cm<sup>2</sup>・hの流量で通気性包材の表面を掃気するように流して測定した時の酸素拡散量が1100±220Nl/m<sup>2</sup>・24hの範囲

(以下、同じ)に相当する通気性包材を片面に用いた通気性の内袋に、空気中の酸素と接触して発熱する発熱組成物が収納され、さらに非通気性の外袋に密封されてなることを特徴とする身体用発熱袋である。

【0018】さらにまた本発明は、20℃、相対湿度65%の条件下において、通気性包材の片側面を大気に曝し、反対側の面に酸素を含まないキャリアガスを該通気性包材単位面積当たり0.193Nl/cm<sup>2</sup>・hの流量で通気性包材の表面を掃気するように流して測定した時の酸素拡散量が1600±350Nl/m<sup>2</sup>・24hに相当する通気性包材を片面に用いた通気性の内袋に、空気中の酸素と接触して発熱する発熱組成物が収納され、さらに非通気性の外袋に密封されてなることを特徴とするポケット用発熱袋である。

【0019】このほか本発明は、20℃、相対湿度65%の条件下において、通気性包材の片側面を大気に曝し、反対側の面に酸素を含まないキャリアガスを該通気性包材単位面積当たり0.193Nl/cm<sup>2</sup>・hの流量で通気性包材の表面を掃気するように流して測定した時の酸素拡散量が5500±1100Nl/m<sup>2</sup>・24hに相当する通気性包材を片面に用いた通気性の内袋に、空気中の酸素と接触して発熱する発熱組成物が収納され、さらに非通気性の外袋に密封されてなることを特徴とするくつ用発熱袋である。

【0020】本発明の酸素を含まないキャリアガスとしては窒素が好ましいが、その他、アルゴン、ヘリウム、二酸化炭素などを用いることもでき、特にガス種に限定されるものではない。なお、本発明において「酸素を含まない」とは通気量の測定に影響を与えない程度に酸素を含むことを排除するものではない。

【0021】

【発明の実施の形態】本発明は、発熱袋および脱酸素剤などに用いる通気性包材の通気量測定に適用される。また、本発明は通気量を酸素拡散量で規定した身体用発熱袋、ポケット用発熱袋、くつ用発熱袋に適用される。

【0022】本発明の酸素拡散量測定方法および酸素拡散量測定装置では、通気性の大きな包材から、通気性の著しく小さな包材の通気量も短時間で測定することができる。

【0023】本発明の酸素拡散量測定方法および測定装置では、通気性包材の表裏面をほぼ等しい全圧条件に保持し、これらの面に接するガス中の酸素分圧差で拡散侵入する酸素の量を測定するものであり、両面間の全圧の圧力差をほぼ零となるような条件下で測定され得るように構成される。

【0024】また通気性包材の空気に接する面は常にフレッシュエアーに接する条件、すなわち空気に接する面は大気に開放された状態に保持される。一方、通気性包材の窒素に接する面は、酸素が拡散透過してきた場合においても酸素の分圧差が一定に保持しうるように常にフレッシュ窒素が供給されるように構成されることが必要であり、具体的には、窒素を連続的に供給、排気する方法が用いられる。

【0025】以下に本発明を図により具体的に説明する。図1には、本発明の酸素拡散量測定装置の拡散器の断面図の例を示す。また、図2には拡散器を2系列並列に設けた酸素拡散量測定装置の例を示した。

【0026】図1において、拡散器1はチャンバー2と蓋部分3で構成されている。チャンバー2は円筒形のものであり、その中心部分に窒素ガス供給管5が設けられている。またチャンバーの外周に近い部分に排気管6が設けられている。チャンバー内には窒素ガスのショートパスを防ぐために円筒状の仕切隔壁7が設けられている。

【0027】蓋部分3は金属製の枠8、9およびシートパッキン10、11からなり、チャンバーとの間がリング状シートパッキン13を介して気密に保持されている。枠8、9およびシートパッキン10、11ともに通気性包材4の被測定面12に相当する部分がくり抜かれている。通気性包材4はシートパッキン10、11間に挟持され、全体が底枠14と蓋部分3との間をスタットボルト15とナット16で締め付け固定される。このような状態で窒素ガス供給管5から窒素ガスを一定の流量で通気し、排気管6から流出するガス中の酸素濃度を測

定することにより、通気性包材の酸素拡散量を測定することができる。

【0028】図2は拡散器を2系列有する酸素拡散量測定装置の構成を示すものである。窒素ガスは減圧弁17から窒素ガス流量設定器18を経て拡散器1に供給される。拡散器1の出口ガスは酸素濃度検出器19、さらにパージライン21を経て排気される。図2には一台のガスクロマトグラフ23を用いて酸素濃度を測定する場合も含めて示した。拡散器1からのガス流路は分岐部20、切り替え弁22を経てガスクロマトグラフ23に接続されている。ガスクロマトグラフ23のガスサンプリング部24の後方にガス吸引器25が接続されている。これにより分岐部20からガスサンプリング部24までに流路抵抗があっても、常に一定の流量が得られるように設定される。

【0029】本発明において拡散器の構造、形状としては図1に示したもののほか、チャンパー形状として四角箱状、楕円筒状などとすることもできる。また窒素ガスの掃気をチャンパーの中心部から周辺部へ流すほか、周辺部から中心部へ、あるいは箱型チャンパーの場合は一端から反対側へ被測定面に平行に掃気することもできる。チャンパーの大きさとしては、測定する通気性包材の被測定面の大きさに対応した大きさとされ、通気性包材の被測定面に対して窒素ガスをほぼ均一に掃気することができるとともに、チャンパー内が短時間でガス置換される構造であれば特に限定されない。

【0030】また枠の形状、形式には特に限定されず、正方形、矩形、円形などとすることもできる。枠の大きさは通気性包材の通気性を代表するに十分な面積の被測定面が得られるものであれば特に形状、大きさは限定されない。被測定面の面積としては、小さすぎる場合は測定精度が低下すること、また大きすぎる場合は被測定面を平面に保持することが難しくなることから、通常は2~300cm<sup>2</sup>、好ましくは10~100cm<sup>2</sup>程度である。シートパッキンは、微細な凹凸を有する通気性包材の場合であっても気体の漏れを生じることがないようにゴム弾性を有するゴムパッキンあるいは合成樹脂製のパッキンなどが用いられる。

【0031】図1では、チャンパーと蓋部分とを分割できる構造の例を示したが、チャンパー部分と蓋部分とを一体化したものとすることもできる。また、通気性包材を回転ハンドル、レバー、あるいは空気圧シリンダーなどを用いて、一操作でチャンパーに締め付け固定することもできる。なお、通気性包材をチャンパーに取り付ける場合には発熱袋に使用される状態に準じて取り付けることが好ましい。すなわち、内袋の外側面となる面を大気に接するように、内袋の内側面となる面を窒素の掃気面となるようにするセットすることが好ましい。

【0032】酸素濃度の測定は、酸素ガスセンサーを用いた酸素濃度計、あるいはガスクロマトグラフなどによ

って行なうことができる。いずれの機器を用いた場合においても拡散器のチャンパー内と大気との間に圧力差を生じないように、流動抵抗の少ない流路構成にすることが必要である。このため、酸素ガスセンサーを用いて測定する場合にはチャンパー内の排気管部分に近接して設ける方法、排気管部分の直後に設ける方法などがある。またガスクロマトグラフによる測定の場合には、チャンパーと大気との間に圧力差を生じることのない条件、例えば一定量のガスをガスクロマトグラフのサンプリング部分まで吸引する方法などを用いることが好ましい。

【0033】さらに測定を効率的に行なうために図2に示すように拡散器を2系列並列に配することによって、一方の系列で測定している間に、他方の系列では測定試料の交換取り付けなどを行なうこともできる。このほか通気性包材の通気孔の分布状態によっては、例えば点線状に通気孔が連続して設けられたもの、中心部分に集中的に孔が設けられたものなどにあっては被測定面積を比較的大きく設定し、測定値を通気性包材の代表値として換算し得るようにすることもできる。

【0034】拡散器に供給される窒素ガスは、酸素拡散量の小さな通気性包材の測定においても高い精度で測定しうるように、高純度窒素ガスを用いることが好ましい。また、窒素ガスの供給量は、大きすぎる場合は測定試料面に振動あるいは変形を生ずる虞があること、また少なすぎる場合は酸素拡散侵入によって窒素ガス中の酸素濃度が高くなり、通気性包材表裏間の酸素分圧差が小さくなる不都合があることから通常は通気性包材の被測定単位面積当たり50~2000ml/cm<sup>2</sup>・h、好ましくは100~500ml/cm<sup>2</sup>・hである。また供給する窒素の流量制御はフローメーターとニードルバルブ等を用いて行うことのほか、マスフローコントローラーを使用すると精度よく制御できることから便利である。

【0035】拡散器において、大気側の圧力とチャンパー内の圧力との間に圧力差がある場合は、孔径が大きな通気性包材にあっては圧力差に基づく粘性流を生じる結果、拡散透過によらない大気側からチャンパー内への酸素の流入を生じること、あるいはチャンパー内から大気側への窒素の流出を生じるおそれがある。したがって、孔径によっても異なるが、通常は両者間の圧力差は3mmHg、0以下、好ましくは1mmHg、0以下となるように、例えばチャンパーの排気管の径を太くすること、あるいは排気管から吸引する方法などの構成とされる。酸素濃度の測定は熱伝導度型検出器付ガスクロマトグラフにより行なうこともできるが、ジルコニア電極式酸素計なども簡便に利用できる。なお、図2のような構成でガスクロマトグラフで酸素濃度を測定する場合には、パージライン21から外気を吸引、混入することのないようにサンプリングガスの吸引流量、およびパージライン21の長さなどの考慮がなされる。いずれの場合においても、拡散器チャンパー内の圧力と外気圧との間に大きな

圧力差を生じないように操作することが必要である。

【0036】本発明で測定対象とされる通気性包材は、通気量の大小にかかわらず、孔を通じて気体が拡散通気しうる包材をすべて含むものであり、その孔径が相当直径で通常は1mm以下の孔を有するものである。また、一般にフィルム、シート、膜などと呼ばれる物であっても相当直径が1mm以下の孔を有し、通気性を有するものであれば、いずれの包材も本発明の測定対象に含まれる。従って、通気性包材の材質、厚さ、通気孔の形状などに限定されるものではない。なお、ここで相当直径とは、通気孔の形状が楕円、四角、スリット、三角などであっても、孔の面積を円形に換算して表した直径をいう。本発明を相当直径が1mm以上の孔を有する通気性包材についても測定対象に含めることもできるが、その場合には被測定面の大気側からチャンパー内へ拡散によらない酸素の流入、あるいは拡散によらないチャンパー内から大気側への窒素の流出を生じることにより、酸素拡散量の測定値が孔径の拡大に伴って不正確となるおそれがある。

【0037】本発明の酸素拡散量測定方法および測定装置によれば、通気孔の形状、大きさに関わりなく精度よく通気量を酸素拡散量として測定することができる。すなわち、通気性包材に通気性を持たせる手段として、非通気性フィルムに針状突起物などを用いて機械的に孔を明けた通気性包材、型で通気孔を打ち抜いた通気性包材、加熱した針状突起物または、放電加工によりフィルムまたは膜の一部を溶融し孔を明けた通気性包材など相当直径が0.03~0.5mmのような比較的大きな孔を有するものでも精度よく測定できる。また、ポリエチレンまたはポリプロピレンなどのポリオレフィン系合成樹脂に炭酸カルシウム、硫酸バリウムなどを分散混合させた後フィルム状に押し出し、さらに一軸延伸または二軸延伸することにより、相当直径が10μm以下の多数の微細な通気孔を形成させた通気性包材も短時間で精度よく測定することができる。

【0038】このほか、ポリエチレン、ポリプロピレンなどの熱融着性の合成繊維からなる不織布を加熱圧着させて通気性制限した通気性包材も同じように、短時間で精度よく測定することができる。これらの通気性包材をそのまま、あるいは不織布などと貼り合わせて発熱袋用の通気性包材とされるが、いずれの場合においても本発明により通気度を測定することができる。本発明の酸素拡散量測定方法および測定装置は、発熱袋用の通気性包材のほか、脱酸素剤用の通気性包材あるいは通気性の壁紙、さらには非透水性でありながら通気性を有する衣料などの通気性を酸素拡散量として測定することができる。さらにポリフルオロエチレン樹脂等のフィルムあるいはチューブを延伸して微細なファイブシル構造としたものの通気量を測定することもできる。

【0039】しかしながら、特に発熱袋用通気性包材の

通気量を測定する場合には、発熱袋が実際に使用される条件に近い状態で測定することから、極めて有用な測定方法である。すなわち酸素拡散量測定の際には、通気性包材の片面が大気に曝されるが、これは発熱袋が外気に接している状態に対応している、一方片面には窒素が掃気されるが、これは発熱袋中は常に酸素の濃度が零に近い状態であることに対応している。したがって、発熱袋用の通気性を測定する方法として従来の通気性測定方法には見られない適応性を有している。

【0040】一般的に発熱袋は通気性を有する扁平状の内袋に発熱組成物が充填されている。また、発熱袋の種類、使用目的などによって異なるが、内袋の片面を通気性包材で、片面を非通気性包材で構成されたものが多い。これらの通気性包材を利用して製造され、市販されている発熱袋の内袋の例を図3~6に示した。また、図3(b)には図3(a)のA-A'線断面図を示した。これらの内袋は、一般に片面が通気性包材、片面が非通気性包材で構成され、周囲がヒートシールされ扁平状の内袋とされている。

【0041】本発明により通気性包材の酸素拡散量は数1によって求めることができる。すなわち、大気側からチャンパー内に通気性包材を通じて拡散侵入する酸素の量と、チャンパー内の窒素が通気性包材を通じて大気側に拡散逸散する量とが等しいものと仮定して、通気性包材の酸素拡散量は、窒素供給量と掃気後の窒素中の酸素濃度から、数1で求められる。

【0042】

〔数1〕酸素拡散量 ( $\text{Nl}/\text{m}^2 \cdot 24\text{h}$ ) = 酸素濃度  
(%) / 100) × 窒素供給量 ( $\text{Nl}/\text{h}$ ) × 24 ×  
1 / 測定面積 ( $\text{m}^2$ )

なお、測定試料の通気孔部分が被測定面の一部分に分布している場合は、適宜面積補正することによって通気性包材の平均的な酸素拡散量として求めることもできる。また、このように本発明の酸素拡散量測定方法および測定装置では、拡散器への窒素供給量と掃気後の窒素中の酸素濃度から通気性を測定することから、通気性の大小に係わらず短時間に精度よく通気量を測定することができる。

【0043】このようにして測定した、酸素拡散量によって規定した通気性包材を用いて発熱袋を設計する場合には、通気量と発熱袋の発熱特性との間に高い相関性がある。このために、所望の発熱特性を有する発熱袋の設計が容易になるばかりでなく、常に安定した発熱特性を有する発熱袋を製造することができる。たとえば、通気性包材の酸素拡散量を変化させて発熱袋を製作した場合、酸素拡散量とJIS S4100で規定した発熱試験での立ち上がり時間、最高温度、持続時間との間には、それぞれ線形近似させた時の相関係数の2乗 ( $R^2$ : 寄与率) がいずれも0.85以上であり、0.90以上さらには0.95以上となり得る。

【0044】なお、本発明の酸素拡散量測定方法において、通気性包材の片面を掃気する窒素に代えて酸素を含まない他のキャリアガス（掃気ガス）を用いることもできる。例えばアルゴン、ヘリウム、二酸化炭素などを用いることもできる。しかし、これらのガスに代えた場合には、これらのガスは大気側との分圧差が窒素の場合に比べて著しく大となること、およびガス種によってはそれ自体の拡散定数が大のものもあることから、そのガスが大気側へ多量に逸散する。このため、測定チャンバーからの排気ガス量が供給ガス量よりも少なくなる場合がある。したがって、その場合には数1をそのまま適用することができない。例えば、窒素に代えてヘリウムを用いるような場合には、排気ガス量を正確に求め、数1の窒素供給量に代えて代入し、計算しなければならない。大気側との圧力差を1 mm H<sub>2</sub>O以下に保ちながら排気ガス量を正確に求めなければならないことから、窒素を用いる場合に比べて酸素拡散量測定装置の構成がやや複雑になる。

【0045】発熱袋にはその用途、使用される部位、使用状態等に応じて好ましい大きさ、および発熱特性が設定される。例えば、腰部、肩等の肌着の上から装着して身体を保温する身体用発熱袋には、比較的大きな面積を有するいわゆるレギュラーと呼ばれる発熱袋と、面積の小さいいわゆるミニと呼ばれる発熱袋がある。これらの大きさの異なる身体用発熱袋では、好ましい発熱性能に若干の相違はあるものの基本的には単位時間当たりの発熱量が比較的小さい発熱袋として設計される。また、ポケットや手袋などに入れて使用するポケット用発熱袋では保温性の悪い条件下で使用されることから単位時間当たりの発熱量が比較的大きな発熱袋として設計される。一方のくつ用発熱袋の場合には、くつは保温性が悪いこと、および水、雪などに接触する場合もある等放熱の大きな条件下で使用されることから、単位時間当たりの発熱量の非常に大きな発熱袋である。

【0046】本発明の身体用発熱袋の通気性包材は、20℃、相対湿度65%の条件下で、通気性包材の片側面を大気に曝し、片側面に窒素ガスを0.193 Nl/cm<sup>2</sup> hの流量で通気性包材面を掃気するようにして流し、大気側と窒素ガス側との圧力差を1 mm H<sub>2</sub>O以下で測定した時の酸素拡散量が、通常は1100±220 Nl/m<sup>2</sup> 24 h、好ましくは1100±150 Nl/m<sup>2</sup> 24 h、さらに好ましくは1100±100 Nl/m<sup>2</sup> 24 hに相当する通気性包材が用いられる。従来の通気量測定方法では発熱特性の変動幅が大きすぎて所望の発熱性能を得ることができず、かつ発熱袋の品質管理ができなかった。しかし、本発明の酸素拡散量測定方法により上記のごとく通気量を規定することにより、従来の技術では達し得なかった高い精度で所望の発熱特性を有する発熱袋が得られる。

【0047】なお、ここでの通気量は通気性包材を内袋

の片側面の全面に用いた場合についてであって、通気性包材を内袋の両面に用い、かつ両面がほぼ同等の通気性を保持し得るような場合には上記数値の1/2程度とすることもできる。また、部分的に用いる場合には、その面積比率に応じて補正した通気量を有する包材を用いることができる。

【0048】上記のように、身体用発熱袋にはいわゆるレギュラータイプと称される内袋の大きさが(90~110 mm)×(125~145 mm)程度のもの、およびミニタイプと称される内袋の大きさが(55~75 mm)×(85~105 mm)程度のものがある。さらにレギュラーの大きさの1.5倍、2倍、3倍程度の大きさのものもある。しかし本発明においては、これらはいずれも身体用発熱袋に含まれるものである。

【0049】本発明のポケット用発熱袋において、通気性包材の通気量は、20℃、相対湿度65%の条件下で、通気性包材の片側面を大気に曝し、片側面に窒素ガスを0.193 Nl/cm<sup>2</sup> hの流量で通気性包材面を掃気するようにして流し、大気側と窒素ガス側との圧力差を1 mm H<sub>2</sub>O以下で測定した時の酸素拡散量が通常は1600±350 Nl/m<sup>2</sup> 24 h、好ましくは1600±220 Nl/m<sup>2</sup> 24 h、より好ましくは1600±150 Nl/m<sup>2</sup> 24 hに相当する通気性包材が用いられる。この範囲であれば発熱袋として極めて良好な発熱特性を示す。この場合も通気量は通気性包材を内袋の片側面の全面に用いた場合についてであって、通気性包材を内袋の両面に用い、あるいは部分的に用い、かつほぼ同等の通気性を保持し得る場合には身体用の場合と同様の方法で通気量を設定することができる。

【0050】本発明のポケット用発熱袋において、内袋の大きさは通常は(55~75 mm)×(85~105 mm)程度のものである。しかしポケット、手袋用として用いられるものであれば大きさに特に限定されるものではない。

【0051】本発明のくつ用発熱袋の通気性包材の通気量は、20℃、相対湿度65%の条件下で通気性包材の片側面を大気に曝し、片側面に窒素ガスを0.193 Nl/cm<sup>2</sup> hの流量で通気性包材面を掃気するようにして流し、大気側と窒素ガス側との圧力差を1 mm H<sub>2</sub>O以下で測定した時の酸素拡散量が通常は5500±1100 Nl/m<sup>2</sup> 24 h、好ましくは5500±800 Nl/m<sup>2</sup> 24 h、より好ましくは5500±500 Nl/m<sup>2</sup> 24 hに相当する通気性包材が用いられる。このように通気量を規定することによって従来所望の発熱特性の設計が困難であったくつ用発熱袋が得られるようになった。そして、一般的に放熱が大きく、通気性の悪いくつの中に挿入して用いた場合にも快適な温感を得ることができる。

【0052】また、本発明のくつ用発熱袋の内袋には、くつの爪先部に合わせた形状のいわゆる馬蹄形のほか、



台形状、矩形状のものも含まれるものである。

【0053】

【実施例】本発明の好適な実施形態を以下の実施例に基づいてさらに具体的に説明するが、これらにより本発明が限定されるものではない。

実施例1～9

ここで実施例1～9は本発明の酸素拡散量測定方法および酸素拡散量測定装置に関する実施例である。またこれらの内、実施例3～7は本発明のポケット用発熱袋に関する実施例でもある。

【0054】図1、図2に示したものと同様の、酸素拡散量測定装置を製作した。それぞれの機器構成は図1、図2に準じて次のように構成した。拡散器1のチャンバー2は、内径102mm、深さ37.5mmのステンレス製円筒状で、内部に窒素ガスのショートパス防止用の高さ25mm、外径60mmの円筒状仕切障壁7を有し、空間容積が285mlのものである。また、チャンバー2の中心部分には外径6.35mm、内径4.57mmの窒素ガス供給管5が底面から15mm突き出た状態で設けられている。さらに、チャンバー内の周辺部分に排気管6が設けられている。弁8は、被測定面12として72mm×72mmを有するものである。窒素ガスの流量調節弁18はマスフローコントローラー（エステック（株）製、SEK-400MK3）である。

【0055】酸素濃度検出器19はジルコニア電極式酸素計（東レエンジニアリング（株）製、LC-750L）であり、ガスクロマトグラフ23が併用できるように構成されている。また、吸引ポンプ25には脈動を生じることのない吸引ポンプを用いた。

【0056】通気性包材4は、ナイロン製不織布（旭化成（株）製、N5051）に厚さ50ミクロンのポリエチレンフィルムをラミネートした非通気性包材に、針状突起を有する回転刃を使用した孔明け装置でスリット状の孔を4mm間隔で幅3.2mm内に31列連続させて穿孔した。また、針の穿孔深度を段階的に変えて通気孔の大きさをかえることにより、通気量の異なる9種類の通気性包材を製作した。これらの通気孔それぞれの大きさ\*

表1

実施例	酸素拡散量 ( $\text{Nl}/\text{m}^2 24\text{h}$ )	最高温度 ( $^{\circ}\text{C}$ )	立上り時間 (min)	持続時間 (h)
1	1125	52.5	11.5	14.3
2	1247	55.8	9.8	12.6
3	1710	62.2	7.9	8.0
4	1754	63.5	6.3	7.5
5	1766	61.3	7.5	7.6
6	1863	65.1	6.2	6.8
7	1882	65.6	6.1	6.4
8	1987	65.8	5.5	5.9
9	2032	63.7	6.3	6.3

【0060】実施例10～13

\*は相当直径が0.03～0.7mmの範囲の孔であった。この9種類の通気性包材の酸素拡散量を、上記酸素拡散量測定装置を用いて測定した。測定は室温20℃、相対湿度65%条件下、窒素ガスの供給量10Nl/h（通気性包材の被測定単位面積当たりの窒素供給量が0.193Nl/cm<sup>2</sup>hである）、吸引ポンプによるサンプルガス吸引量は1.2Nl/hで行なった。また大気とチャンバー内との圧力差は1mmHg、0以下であった。このほかチャンバー内の酸素濃度が平衡に達するまでに要する時間は約12分であった。結果を表1に示した。

【0057】次に、この9種類の通気性包材を用いて、片面に通気孔が分布するようにして背シールにより、97mm×70mmの袋を作成した。この袋に、鉄粉55重量部、活性炭6重量部、木粉12重量部、食塩3重量部及び水24重量部の配合比で作られた発熱組成物20gを充填し、ヒートシールして図6に示すような9種類の扁平状内袋を製作した。さらにこの内袋を非通気性の外袋に密封し発熱袋とした。

【0058】この9種類の発熱袋を室温20℃、相対湿度65%の環境下に12時間放置し環境に順化させた後、内袋を取り出し、JIS S 4100で規定された試験方法で発熱特性の測定を行った。結果を表1に示した。また、酸素拡散量と最高温度（発熱袋が到達する最高温度）の関係を図7に、酸素拡散量と立ち上がり時間（発熱開始直後から40℃まで昇温するに要する時間）の関係を図8に、酸素拡散量と持続時間（発熱後40℃となつてから、最高温度を経過し、40℃となるまでの時間）の関係を図9に示した。また、酸素拡散量と最高温度、立ち上がり時間、持続時間との関係を線形近似させた時の相関係数の2乗（ $R^2$ ：寄与率）はそれぞれ最高温度が0.915、立ち上がり時間が0.922、持続時間が0.975であった。このようにいずれも酸素拡散量とは良好な相関関係が認められた。

【0059】

【表1】

50 ここで実施例10～13は本発明の酸素拡散量測定方法

および酸素拡散量測定装置に関する実施例である。またこれらの内、実施例11、12は本発明の身体用発熱袋に関する実施例でもある。通気性包材として、相当直径が10 $\mu$ m以下の微細孔を多数有するポリエチレン製微多孔膜とナイロン製不織布を貼りあわせて構成された通気量の異なる4種類の通気性包材(日東電工(株)製、プレスロン)について、実施例1~9と同様にして、酸素拡散量を測定した。次に、この通気性包材それぞれを片面に用い、ポリエチレン/ナイロン不織布/ポリエチレン/粘着剤/離型紙の順に貼り合わせて構成された非通気性包材を片面に使用して、ポリエチレン面が互いに接するようにして重ね合わせ三方をヒートシールすることにより135mm $\times$ 100mmの4種類の袋を製作した。この4種類の内袋のそれぞれに、鉄粉53重量部、活性炭8重量部、木粉7重量部、食塩4重量部及び水28重量部の配合比で調製された発熱組成物40gを充填\*

表2

実施例	酸素拡散量 (NI/m <sup>2</sup> 24h)	最高温度 ( $^{\circ}$ C)	立上り時間 (min)	持続時間 (h)
10	1567	68.6	6.4	8.7
11	1310	62.1	8.5	12.3
12	988	51.6	15.0	18.8
13	677	49.7	18.0	22.0

【0063】実施例14~21

ここで実施例14~21は本発明の酸素拡散量測定方法および酸素拡散量測定装置に関する実施例である。また、実施例14~21は本発明の身体用発熱袋に関する実施例でもある。通気性包材として相当直径が10 $\mu$ m以下の微細孔を多数有するポリエチレン製微多孔膜とナイロン製不織布を貼りあわせて構成された通気量の異なる8種類の通気性包材(日東電工(株)製、プレスロン)について、実施例1~9と同様にして、酸素拡散量を測定した。この通気性包材それぞれを片面に用い、ポリエチレン/ナイロン不織布/ポリエチレン/粘着剤/離型紙の順に貼り合わせて構成された非通気性シートを片面に使用し、ポリエチレン面が互いに接するようにして重ね合わせ三方をヒートシールし、135mm $\times$ 100mmの8種類の袋を製作した。

【0064】この8種類の袋にそれぞれ鉄粉53重量

表3

実施例	酸素拡散量 (NI/m <sup>2</sup> 24h)	最高温度 ( $^{\circ}$ C)	立上り時間 (min)	持続時間 (h)
14	1042	54.7	10.3	15.2
15	1148	58.4	9.0	12.5
16	1005	53.2	10.5	15.2
17	1185	58.9	8.9	12.2
18	1222	61.9	8.0	9.9
19	1319	63.0	7.9	8.6
20	1273	63.4	7.0	8.9
21	1315	63.7	7.7	9.0

\*し、図3に示すような内袋を得た。これをさらに非通気性の外袋に密封し、発熱袋とした。

【0061】この発熱袋の温度特性試験を実施例1~9と同様にして行った。結果を表2に実施例10~13として示した。また、酸素拡散量と最高温度の関係を図10に、酸素拡散量と立ち上がり時間の関係を図11に、酸素拡散量と持続時間の関係を図12に示した。また、酸素拡散量と最高温度、立ち上がり時間、持続時間との関係を線形近似させた時の相関係数の2乗( $R^2$ :寄与率)はそれぞれ最高温度が0.940、立ち上がり時間が0.974、持続時間が0.985であった。このようにいずれも酸素拡散量とは良好な相関関係が認められた。

【0062】

【表2】

\*部、活性炭8重量部、木粉7重量部、食塩4重量部及び水28重量部の配合比で作られた発熱組成物34gを充填し、図3に示すような内袋を製作した。これをさらに非通気性の外袋に密封し、発熱袋とした。この発熱袋について実施例1~9と同様にして発熱特性を調べた。結果を表3に示した。酸素拡散量と最高温度の関係を図13に、酸素拡散量と立ち上がり時間の関係を図14に、酸素拡散量と持続時間の関係を図15に示した。また、酸素拡散量と最高温度、立ち上がり時間、持続時間との関係を線形近似させた時の相関係数の2乗( $R^2$ :寄与率)はそれぞれ最高温度が0.968、立ち上がり時間が0.887、持続時間が0.961であった。このようにいずれも酸素拡散量とは良好な相関関係が認められた。

【0065】

【表3】

## 【0066】実施例22~28

ここで実施例22~28は本発明のくつ用発熱袋に関する実施例である。坪量50g/m<sup>2</sup>のナイロン不織布と厚さ50μmのポリエチレンフィルムを貼り合わせたシートと、坪量50g/m<sup>2</sup>のナイロン不織布と厚さ100μmで最大孔径が約1.1μmのポリエチレン製多孔質フィルムと貼りあわせた酸素拡散量が4800~6300NI/m<sup>2</sup>24hの7種類の通気性包材とを、それぞれポリエチレン面が互いに接するようにして重ね合わせ、長さ8.8cm、幅6.6cmの馬蹄形に切断し、10

【0067】この袋に鉄粉66.4重量部、活性炭6.4重量部、塩化ナトリウム1.5重量部、水22.2重量部、真珠岩粉末3.1重量部および高吸水性樹脂0.4重量部からなる発熱組成物14gを充填し、内袋を製作した。この内袋をさらに非通気性の外袋に密封してくつ用発熱袋とし、25℃で一週間放置した。この内袋を\*

表4

実施例	酸素拡散量 (NI/m <sup>2</sup> /24h)	最高温度 (℃)	立上り時間 (min)	持続時間 (h)
22	4800	40.5	14.0	7.5
23	5600	41.5	10.5	6.2
24	6000	42.5	8.6	5.4
25	5800	42.0	9.6	6.0
26	5950	42.5	9.0	5.6
27	5830	42.0	9.0	6.0
28	6300	43.5	6.0	5.0

## 【0069】比較例1~8

実施例14~21において用いたものと同じ8種類の通気性包材について、JIS Z 0208で規定する方30法で透湿度を測定した。結果を表5に示した。この通気性包材は実施例14~21の包材と同じものであるから、透湿度と実施例14~21における発熱試験結果とを対応させることができるので、透湿度と最高温度の関係を図16に示した。この図16から透湿度の低い値の部分で、透湿度の差が小さいにもかかわらず、最高温度が異常に大きく変化していることが認められた。また透湿度と最高温度、立ち上がり時間、持続時間との関係を線形近似させた時の相関係数の2乗(R<sup>2</sup>:寄与率)はそれぞれ最高温度が0.641、立ち上がり時間が0.617、持続時間が0.684であった。このように透湿度と発熱特性との間には相関関係が非常に低かった。

【0070】

【表5】

\*外袋から取り出し、20℃の条件下で発泡スチロールの上にアルミニウム板、厚さ4mmのゴム板の順でセットされた上にガーゼ上下各2枚に挟まれたくつ用発熱袋を乗せ、さらにゴム板3枚を重ね、その上からネル2枚で被覆して発熱特性を測定した。その結果を表4に示す。また、酸素拡散量と最高温度、立ち上がり時間、持続時間との関係を線形近似させた時の相関係数の2乗

(R<sup>2</sup>:寄与率)はそれぞれ最高温度が0.930、立ち上がり時間が0.966、持続時間が0.982であった。このようにいずれも酸素拡散量とは良好な相関関係が認められた。なお、実施例23、および実施例24のくつ用発熱袋の内袋を通気性面を上にして、作業くつに挿入し、外気温度5℃の環境下で成人男性が軽作業をした。その結果、いずれも快適な温度を維持した。

【0068】

【表4】

表5

比較例	透湿度 g/m <sup>2</sup> day
1	230.8
2	241.3
3	227.7
4	238.2
5	250.5
6	428.6
7	417.9
8	417.0

## 【0071】比較例9

通気性包材として、ナイロン製不織布(旭化成(株)製、N5051)に厚さ50ミクロンのポリエチレンフィルムを貼り合わせた非通気性包材に、針状突起を有する回転刃を使用した孔あけ装置を用いて、孔間隔4mmでスリット状の孔を幅32mm内に31列連続させて穿孔した。ここで穿孔された通気孔の大きさは相当直径が0.1~0.15mmの範囲のものであった。この通気性包材の通気度をJIS P 8117で規定するガーレ通気度試験器で測定したところ、7sec/100mlであった。

50 【0072】この通気性包材を片面に用い、ポリエチレ

ン／粘着剤／離型紙の順で貼り合わせて構成された非通気性の包材を片面に使用し、ポリエチレン面が互いに接するようにして重ね合わせて三方をヒートシールし、96mm×70mmの袋を製作した。この袋に鉄粉53重量部、活性炭8重量部、木粉7重量部、食塩4重量部及び水28重量部の配合比で作られた発熱組成物13gを充填し、ヒートシールして偏平状内袋を製作した。これをさらに非通気性の外袋に密封保存した。この発熱袋について、実施例1～9と同様にして発熱特性を測定した。結果を表6に示した。

【0073】比較例10

実施例11で用いたと同じ通気性包材をJIS P 8117で規定するガーレ通気度測定器で通気度を測定したところ12000sec/100mlであった。この\*

表6

比較例	ガーレ通気度 (sec/100ml)	最高温度 (°C)	立上り時間 (min)	持続時間 (h)
9	7	59.1	6.6	10.5
10	12000	58.2	6.6	11.5

【0075】

【発明の効果】本発明の酸素拡散量測定方法および酸素拡散量測定装置によれば、通気性包材の通気性を、迅速に、精度よく測定することができるとともに、得られた酸素拡散量測定値と発熱特性に高い相関性が得られる。すなわち、

(1) 通気孔の径の大小にかかわらず、短時間で酸素拡散量を求めることができる。

(2) 通気性包材の種類が異なる場合においても、酸素拡散量測定値と発熱特性に相関性があり、そのまま比較できる。

(3) このため、発熱袋の設計、品質管理が容易になった。

(4) 身体用発熱袋、ポケット用発熱袋、くつ用発熱袋の通気性包材を酸素拡散量で規定することにより、高い精度で所望の発熱特性を設定することができるようになった。また、本発明の発熱袋は、

(5) 身体用発熱袋、ポケット用発熱袋、くつ用発熱袋、いずれもそれぞれ用途に最も適した発熱特性を有する発熱袋である。

(6) 通気性包材の種類、孔径などが異なる場合であっても身体用発熱袋、ポケット用発熱袋、くつ用発熱袋それぞれの用途に応じた発熱特性を有している。

(7) 従来開発し得なかった温度特性を有する優れたくつ用発熱袋である。

【図面の簡単な説明】

【図1】拡散器の断面図の例である。

【図2】本発明の酸素拡散量測定装置の原理を示すブロック図である。

【図3】微多孔を有する通気性包材を用いた内袋の例である。

\* 通気性包材を片面に用い、ポリエチレン／粘着剤／剥離紙の順で貼り合わせて構成された非通気性の包材を片面に使用して、ポリエチレン面が互いに接するようにして重ね合わせて三方をヒートシールし、96mm×70mmの袋を製作した。この袋に鉄粉53重量部、活性炭8重量部、木粉7重量部、食塩4重量部及び水28重量部の配合比で作られた発熱組成物13gを充填し、ヒートシールして偏平状内袋を製作した。これをさらに非通気性の外袋に密封保存した。この発熱袋について、実施例1～9と同様にして発熱特性を測定した。結果を表6に示したが、比較例9とガーレ通気度が大きく異なるにもかかわらず、発熱性能は近似していた。

【0074】

【表6】

20 (a) 平面図

(b) A-A' 線断面図

【図4】微多孔を部分的に有する通気性包材を用いた内袋の例である。

【図5】針孔を中央に集中させた通気性包材を用いた内袋の例である。

【図6】針孔を中央部分に連続させた通気性包材を用いて背シールにより内袋の例である。

(a) 平面図

(b) B-B' 線断面図

30 【図7】実施例1～9における酸素拡散量と最高温度の関係。

【図8】実施例1～9における酸素拡散量と立ち上がり時間の関係。

【図9】実施例1～9における酸素拡散量と持続時間の関係。

【図10】実施例10～13における酸素拡散量と最高温度の関係。

【図11】実施例10～13における酸素拡散量と立ち上がり時間の関係。

40 【図12】実施例10～13における酸素拡散量と持続時間の関係。

【図13】実施例14～21における酸素拡散量と最高温度の関係。

【図14】実施例14～21における酸素拡散量と立ち上がり時間の関係。

【図15】実施例14～21における酸素拡散量と持続時間の関係。

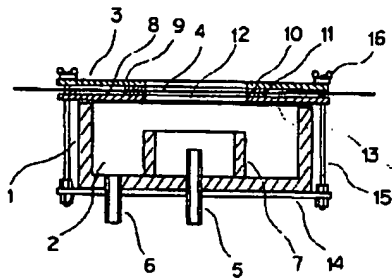
【図16】比較例1～8における透湿度と最高温度の関係。

50 【符号の説明】

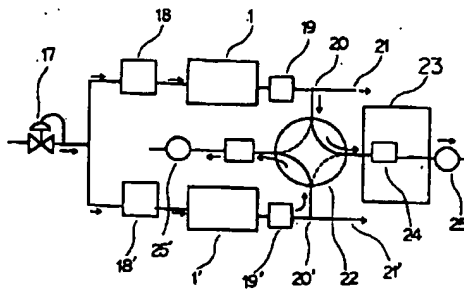
- 1 拡散器
- 2 チャンバー
- 3 蓋部分
- 4 通気性包材
- 5 窒素ガス供給管
- 6 排気管
- 7 仕切障壁
- 8、9 枠
- 10、11 シートパッキン
- 12 通気性包材の被測定面
- 13 リング状シートパッキン
- 14 底枠
- 15 スタットボルト
- 16 ナット
- 17 減圧弁
- 18 窒素ガス流量設定器

- \* 19 酸素濃度検出器
- 20 分岐部
- 21 パージライン
- 22 切り替え弁
- 23 ガスクロマトグラフ
- 24 ガスサンプリング部
- 25 ガス吸引器
- 26 内袋
- 27 発熱組成物
- 10 28 シール部
- 29 非通気性包材
- 30 通気部（中央集中針孔）
- 31 通気部（全面微多孔）
- 32 通気部（部分微多孔）
- 33 通気部（中央集中連続針孔）
- \* 34 背シール部分

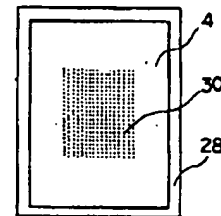
【図1】



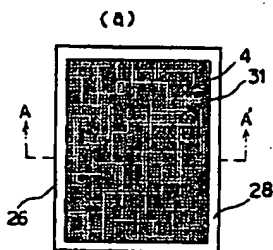
【図2】



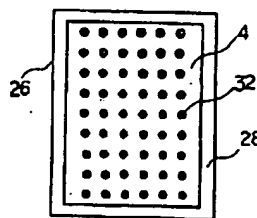
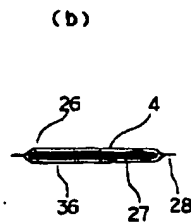
【図5】



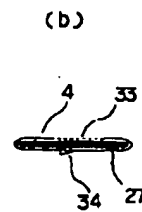
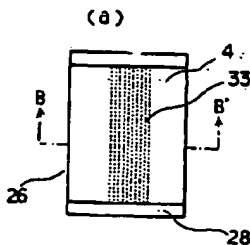
【図3】



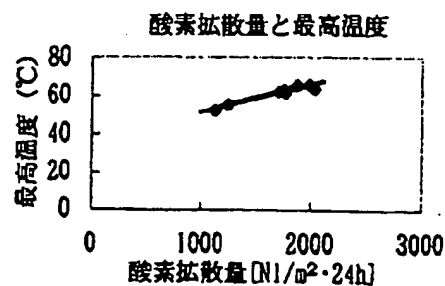
【図4】



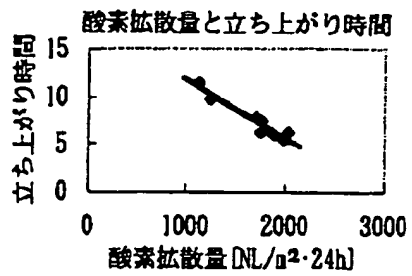
【図6】



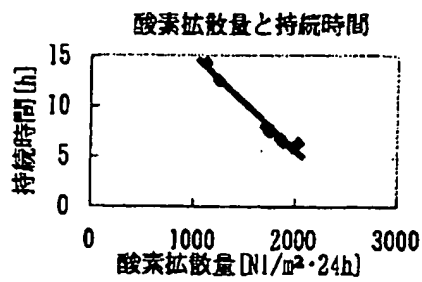
【図7】



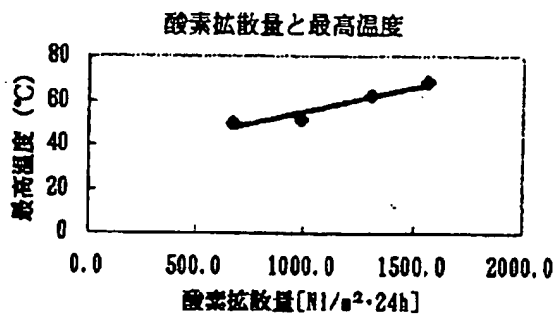
【図8】



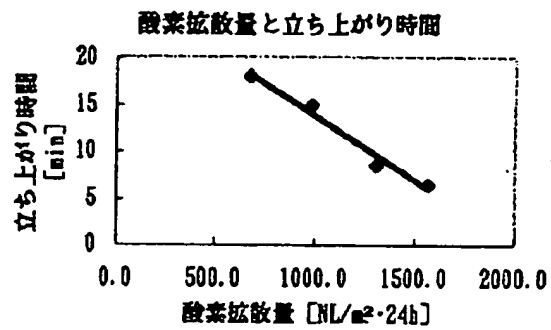
【図9】



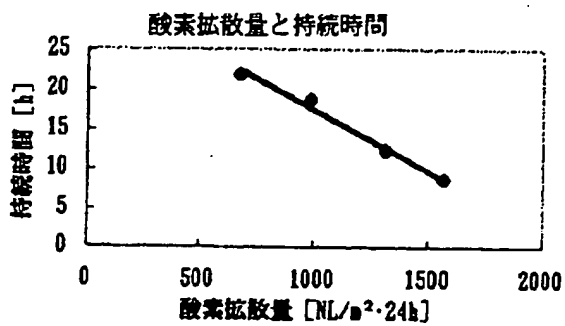
【図10】



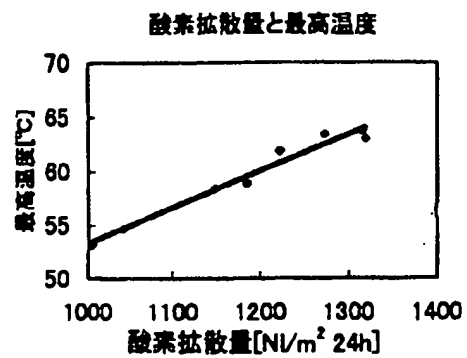
【図11】



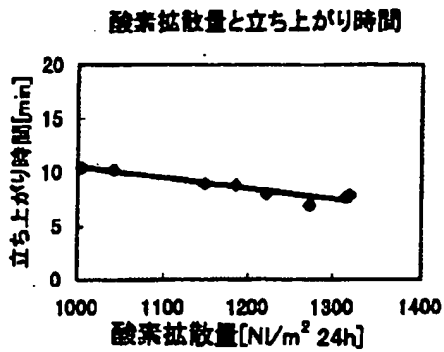
【図12】



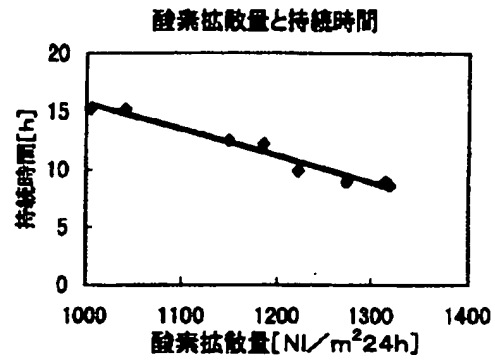
【図13】



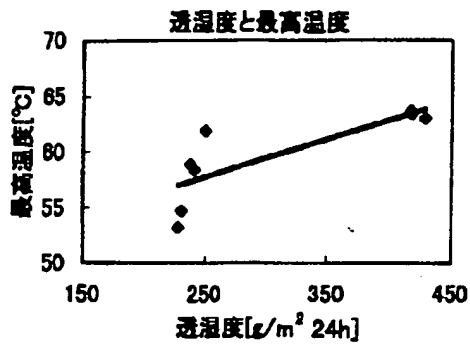
【図14】



【図15】



【図16】



フロントページの続き

(72)発明者 藤沢 正幸  
 神奈川県平塚市田村5181番地 日本バイオ  
 ニクス株式会社平塚研究所内

(72)発明者 矢田 浩一  
 神奈川県平塚市田村5181番地 日本バイオ  
 ニクス株式会社平塚研究所内

(72)発明者 越智 幸史  
 神奈川県平塚市田村5181番地 日本バイオ  
 ニクス株式会社平塚研究所内